

PATENT
0247D-7118

Express Mail Label No. EL 113 779 741 US



IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

In re application of:

KOBAYASHI, Yoshihiro; MATSUSHITA,
Nobuhiko

Serial No: NOT ASSIGNED

Filed: November 30, 1998 the first
business day following
November 28, 1998

For: ZIRCONIUM CERAMIC
MATERIAL, OPTICAL FIBER
CONNECTOR MEMBER USING
THE SAME AND METHOD OF
PRODUCING THE SAME

Art Unit: NOT ASSIGNED

Examiner: NOT ASSIGNED

#3
✓
11/13/99

TRANSMITTAL OF PRIORITY DOCUMENT

Box PATENT APPLICATION
Assistant Commissioner for Patents
Washington, D.C. 20231

Dear Sir:

Enclosed herewith is a certified copy of Japanese patent application No. 9-328973 which was filed November 28, 1997, from which priority is claimed under 35 U.S.C. § 119 and Rule 55.

Acknowledgment of the priority document(s) is respectfully requested to ensure that the subject information appears on the printed patent.

Respectfully submitted,

LOEB & LOEB LLP

Date: November 30, 1998 the first

Business day following

November 28, 1998

By:

William H. Wright
Registration No. 26,312
Attorney for Applicant(s)

10100 Santa Monica Blvd., 22nd Floor
Los Angeles, California 90067-4164
Telephone: 310-282-2000
Facsimile: 310-282-2192

日 本 国 特 許 庁

PATENT OFFICE
JAPANESE GOVERNMENT

JCS40 U.S. PTO
09/201260



別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されて
る事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed
in this Office.

願 年 月 日
Date of Application:

1997年11月28日

願 番 号
Application Number:

平成 9年特許願第328973号

願 人
Applicant(s):

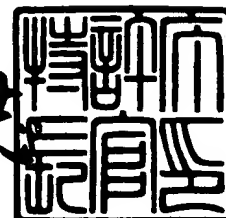
京セラ株式会社

CERTIFIED COPY OF
PRIORITY DOCUMENT

1998年10月30日

特許庁長官
Commissioner,
Patent Office

伴佐山 建志



出証番号 出証特平10-3087961

【書類名】 特許願

【整理番号】 17555

【提出日】 平成 9年11月28日

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 G02B 6/24

【発明の名称】 光ファイバコネクタ用フェルール

【請求項の数】 2

【発明者】

【住所又は居所】 北海道北見市豊地30番地 京セラ株式会社北海道北見工場内

【氏名】 小林 善宏

【発明者】

【住所又は居所】 北海道北見市豊地30番地 京セラ株式会社北海道北見工場内

【氏名】 松下 伸彦

【特許出願人】

【識別番号】 000006633

【郵便番号】 607

【住所又は居所】 京都府京都市山科区東野北井ノ上町5番地の22

【氏名又は名称】 京セラ株式会社

【代表者】 伊藤 謙介

【電話番号】 075-592-3851

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 005337

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

特平 9-328973

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 光ファイバコネクタ用フェルール

【特許請求の範囲】

【請求項1】 光ファイバを保持するための貫通孔を有するフェルールであって、温度85℃、湿度85%の環境中に2000時間保持した後の重量変化率が0.1%以下であるセラミックスからなることを特徴とする光ファイバコネクタ用フェルール。

【請求項2】 上記セラミックスが、 Y_2O_3 以外の安定化剤を含むジルコニアセラミックスからなることを特徴とする請求項1記載の光ファイバコネクタ用フェルール。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、光ファイバ同士又は光ファイバと各種光素子とを接続するためのコネクタにおける、光ファイバを保持するためのフェルールに関する。

【0002】

【従来の技術】

近年、光ファイバを用いた光通信が広く行われつつある。この光通信の分野で、光ファイバ同士や光ファイバと各種光素子とを接続する場合、光ファイバコネクタが使用される。

【0003】

この光ファイバコネクタでは、図1に示すような貫通孔1aを有するフェルール1が用いられ、このフェルール1の後方をバックボディ2に保持しておいて、貫通孔1aに光ファイバ3を挿入して接着固定してある。そして、一对のフェルール1を互いの先端面1b同士を当接させれば光ファイバコネクタとすることができる。あるいは、光素子を収納したパッケージに上記フェルール1を接続することによって、光ファイバと光素子を接続することもできる。

【0004】

上記フェルール1の材質としては、従来より金属が用いられてきたが、高精度

に加工し、耐摩耗性等を向上させるために、現在ではセラミックスが用いられている。特に、 Y_2O_3 を含む部分安定化ジルコニアセラミックスは強度等の特性が高いことから、広く使用されている。また、低コスト化のために各種樹脂でフェルール1を形成することも検討されている。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】

ところで、光ファイバコネクタの使用範囲が広くなるにつれて、これまで以上に耐久性が求められるようになってきている。例えば、砂漠や海中等の高温又は高湿の環境中で、長期間にわたって交換の必要なく良好に使用できるようなものが求められている。

【0006】

これに対し、従来より使用されている Y_2O_3 部分安定化ジルコニアセラミックスは、高温、高湿環境中では、ジルコニアの正方晶の結晶が単斜晶に変態し、特性が劣化してしまうという課題があった。

【0007】

【課題を解決するための手段】

そこで、本発明は、光ファイバを保持するための貫通孔を有するフェルールであって、温度85℃、湿度85%の環境中に2000時間保持した後の重量変化率が0.1%以下であるセラミックスで形成したことを特徴とする。

【0008】

即ち、種々実験の結果、高温、高湿試験を行った際のフェールの重量変化率が耐久性に関係することを見出し、この重量変化率が0.1%以下となるような材質を用いることによって、高温、高湿環境での耐久性を向上させられるようにしたものである。

【0009】

なお、本発明におけるセラミックスとは、無機物を高温処理して得られる材料の全般を意味しており、いわゆるファインセラミックスだけでなく、単結晶体、ガラス等、あるいはこれらの複合材も含むものである。

【0010】

また、本発明は、上記セラミックスとして、特に Y_2O_3 以外の安定化剤を含むジルコニアセラミックスを用いることを特徴とする。

【0011】

【発明の実施の形態】

以下本発明の実施形態を説明する。

【0012】

図1に示すように、本発明のフェルール1は、貫通孔1aを有する円筒体であり、光ファイバコネクタとする場合は、このフェルール1の後方をバックボディ2に保持しておいて、貫通孔1aに光ファイバ3を挿入して接着固定する。そして、一対のフェルール1を互いの先端面1b同士を当接させれば光ファイバコネクタとすることができる。あるいは、光素子を収納したパッケージに上記フェルール1を接続することもできる。

【0013】

そして、本発明では、上記フェルール1を、温度85℃、湿度85%の環境中に2000時間保持した後の重量変化率が0.1%以下であるようなセラミックスで形成したことを特徴とする。

【0014】

即ち、本発明では、フェルール1の高温・高湿環境中での耐久性を評価するために、上記環境中での重量変化率が関係し、この重量変化率が0.1%以下であるような材料を用いれば、長期間使用しても接続損失が大きくなることを見出したのである。

【0015】

例えば、上述した Y_2O_3 部分安定化ジルコニアセラミックスは、高温・高湿試験にて、正方晶の結晶が単斜晶に相変態し、表面が水和層化することにより、重量変化が生じる。このように表面が水和層化するような材質では、高温・高湿環境中で特性が劣化し、耐久性が劣ることになる。

【0016】

また、フェルール1を成す材質が多くの気孔を有していたり、あるいは樹脂な

どのように吸湿しやすい材質であると、上記高温・高湿試験にて水分が含浸して重量変化が生じる。このように、水分を含浸しやすい材質では、この水分がフェルール1に固着した光ファイバに付着してその強度を低下させ、最悪の場合光ファイバを破断させる恐れがある。

【0017】

このように、高温・高湿試験後の重量変化率を測定することで、材質の水和層化の有無や、含水性の有無を検知することができ、高温・高湿環境下での耐久性を評価することができるのである。そして、この重量変化率が0.1%以下となるような、水和層化しにくく、含水性の低い材質を用いれば、高温・高湿環境下でのフェルール1の耐久性を向上させることができる。

【0018】

なお、本発明におけるセラミックスとは、無機物を高温処理して得られる材料の全般を意味しており、いわゆるファインセラミックスだけでなく、単結晶体、ガラス等、あるいはこれらの複合材も含むものである。以下、その具体例を説明する。

【0019】

まず、セラミックスとしては、 ZrO_2 を主成分とし、安定化剤として MgO 、 CeO_2 、 Dy_2O_3 、 CaO 等を含む部分安定化ジルコニアセラミックスを用いることができる。このように Y_2O_3 以外の安定化剤を含む部分安定化ジルコニアセラミックスは、表面が水和層化せず、高温・高湿環境下でも優れた耐久性を示すことから最適である。

【0020】

このジルコニアセラミックスの中では、特に安定化剤として MgO を含むもの、又は $CeO_2 - Dy_2O_3$ を含むものが良い。特に、 ZrO_2 を主成分とし、安定化剤として MgO を3.0～3.8重量%含有し、単斜晶系のジルコニア結晶を10～40モル%含むようなジルコニアセラミックスが好ましい。このジルコニアセラミックスは、曲げ強度が 7000 kg/cm^2 以上、破壊靱性 K_{IC} が $11\text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ 以上と高いだけでなく、耐熱衝撃性 ΔT が 400°C 以上と特に耐熱衝撃性に優れたセラミックスである。

【0021】

又は、 ZrO_2 を主成分とし、0.5～4.5モル%の Dy_2O_3 と2～8モル%の CeO_2 を合計で6モル%以上含有し、単斜晶の結晶の含有量が50モル%以下であるようなジルコニアセラミックスが好ましい。このジルコニアセラミックスは、曲げ強度が 5500 kg/cm^2 以上と高いだけでなく、耐水性、耐熱性に優れており、高温・高温環境下でも特性の劣化を防止できるものである。

【0022】

また、他のセラミックスとして、 Al_2O_3 を主成分とするセラミックス、 Al_2O_3 を主成分とし ZrO_2 を混合したジルコニア分散アルミナセラミックス、 Al_2O_3 を主成分として $Al_2B_2O_9$ を混合したセラミックス等を用いることもできる。

【0023】

これらのうち、ジルコニア分散アルミナセラミックスとは、アルミナ中に所定量のジルコニアを分散させることによって、破壊源となるクラックの進展を防止し、強度を向上させたものである。また、アルミナの結晶粒界に、粒子径がナノレベルの非常に微細なジルコニア粒子を分散させて、粒界強度を飛躍的に向上させたジルコニア分散アルミナセラミックスを用いることもできる。

【0024】

さらに、炭化珪素、窒化珪素、窒化アルミニウム、ステアタイト、チタニア、コーディライト、フォルステライト、ムライト等の各種セラミックス、またはアルミナの単結晶体であるサファイア、セラミックス成分と金属成分の複合焼結体であるサファイア等を用いることもできる。

【0025】

あるいは、アルミナ、炭化珪素、窒化珪素とアルミニウム合金などの金属との複合材を用いることもできる。例えば、炭化珪素とアルミニウム合金の複合材は、 SiC と SiO_2 ゲルを調合し、プレス成形後、 800°C で焼成し、その後アルミニウムと加圧鑄造することによって得ることができる。

【0026】

また、ガラスとしては、ほうけい酸ガラス、結晶化ガラス等を用いることがで

きる。このうち結晶化ガラスは、 $\text{Li}_2\text{O}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$ 系ガラスを加熱処理により結晶化させ強度を向上させたものである。

【0027】

さらに、これらのセラミックスの複合材としては、上述したジルコニア分散アルミナセラミックスのように、性質の異なる複数の材料を混合することによって、各材料だけでは得られない特性を持たせた材料である。通常、このような複合材は、マトリックス材と、分散材や強化材との組合せからなり、このマトリックス材、又は分散材や強化材のいずれかに、上述したようなセラミックスを使用した複合材を用いることができる。

【0028】

例えば、上述したセラミックスをマトリックス材とし、この中に他のセラミックス、金属等からなる分散材や強化材を添加混合したものを用いることができる。あるいは上述したセラミックスを分散材又は強化材とし、他のセラミックス、金属、樹脂等からなるマトリックス材中に添加混合したものを用いることができる。

【0029】

なお、以上の各種セラミックスについては、その組成、結晶構造、粒子径、気孔径等を適宜調整することによって、温度85℃、湿度85%の環境中に2000時間保持した後の重量変化率が0.1%以下となるようにしたものをフェルール1の材質として用いる。

【0030】

また、これらの材質でフェルール1を作製する方法は、例えば、上記原料粉末を用いて、押出成形や射出成形等により、貫通孔1aを有する円筒体に成形し、これを所定条件で焼成した後、その貫通孔1aの内径や外径を研削、研磨して所定の寸法となるように加工すれば良い。この時、必要に応じて、先端面1bを球面に加工したり、外周エッジ部に面取り加工を施したり、貫通孔1aの後端部をコーン状に加工したりすることができる。

【0031】

さらに、上記フェルール1は、組立時や使用時等に他部材と衝突する恐れがあ

ることから、その破損を防止するために強度の高い材質を用いることが好ましい。そのためには、図1に示すように、フェルール1をバックボディ2で保持し、その先端からの距離Dが6.5 mmの位置に、フェールの中心軸と垂直な方向に荷重Wを加えた時、3.5 kg以上の荷重Wに耐えられるものであることが好ましい。

【0032】

ここで、フェルール1の直径dを2.5 mmとし、モーメントM、断面係数Zとした時、材質に求められる曲げ強度 σ は、

$$\sigma \geq M/Z = W \times 6.5 / (\pi d^3 / 32) = 1483 \text{ kg/cm}^2$$

となる。したがって、曲げ強度1500 kg/cm²以上のセラミックスを用いれば良い。

【0033】

【実施例】

以下本発明の実施例を説明する。

【0034】

図1に示すフェルール1を表1に示すさまざまな材質により作製した。フェルール1の寸法は、長さ10.5 mm、外径2.5 mm、貫通孔1aの内径0.126 mmとし、各材質ごとに20個作製した。各々、まず40℃の高温槽内に2時間放置した後、自然冷却させることによって乾燥させて、精密化学天秤（測定精度±0.05 mg）で試験前重量を測定した。

【0035】

その後、各試料を85℃、湿度85%の条件下に2000時間放置した後、同様にして試験後重量を測定した。各20個の試料のうち、重量変化の最も大きいものについて、試験前後の重量の変化量と、試験前重量に対する重量変化量の割合（重量変化率）を求めた。

【0036】

結果は表1に示す通りである。この結果より、No. 1のY₂O₃系ジルコニアは水和層化のために重量変化率が0.138%と大きかった。また、No. 15、24のコーディライト、ムライトは重量変化率が26.79%、7.34%

と大きかった。なお、これは気孔率が大きいためであり、気孔率が0.1%以下となるようにしておけば、重量変化率を0.1%以下とすることが可能である。また、No. 25、26の樹脂材は含水のために重量変化率が大きかった。

【0037】

これらに対し、その他のセラミックスは重量変化率を0.1%以下とすることができた。

【0038】

【表1】

No	材 質	重量 (mg)			重量変化率 (%)
		試験前	試験後	差	
* 1	Y ₂ O ₃ 系ジルコニア	304.31	304.73	0.42	0.138
2	Dy-Ce 系ジルコニア	294.21	294.28	0.07	0.024
3	MgO 系ジルコニア	289.12	289.18	0.06	0.021
4	CaO 系ジルコニア	294.36	294.30	-0.06	0.020
5	アルミナ (純度99.7%)	197.85	197.89	0.04	0.020
6	アルミナ (純度99.0%)	197.73	197.78	0.05	0.025
7	アルミナ (純度96%)	194.56	194.64	0.08	0.041
8	アルミナ + ジルコニア (5mol%)	208.45	208.49	0.04	0.019
9	アルミナ + ジルコニア (20mol%)	223.75	223.71	-0.04	0.018
10	アルミナ + ジルコニア (2.5mol%)	205.82	205.89	0.06	0.029
11	ナノ構造 アルミナ + Al ₂ B ₂ O ₅	167.42	167.47	0.05	0.030
12	ステアタイト	143.36	143.36	0	0
13	チタニア	204.80	204.72	-0.08	0.039
14	サファイア	203.64	203.59	-0.05	0.025
* 15	コーディライト	76.80	97.38	20.58	26.79
16	フォルステライト	153.62	153.67	0.05	0.033
17	炭化珪素	163.89	163.94	0.05	0.031
18	窒化珪素	163.53	163.49	-0.04	0.024
19	窒化アルミニウム	174.08	174.13	0.05	0.029
20	サーメット	304.38	304.32	-0.06	0.020
21	ほうけい酸ガラス	120.83	120.82	-0.01	0.008
22	結晶化ガラス	128.51	128.53	0.02	0.016
23	SiC-Al 複合材	158.75	158.78	0.03	0.019
* 24	ムライト	102.43	109.95	7.52	7.34
* 25	樹脂 (PBT)	77.83	77.90	0.07	0.089
* 26	樹脂 (PEI)	68.61	68.80	0.19	0.277

*は本発明の範囲外である。

【0039】

次に、上記各フェルール1の後部をバックボディ2に圧入し、光ファイバ3を接合した状態で、各々20個の試料を用意し、85℃、湿度85%の条件下に2000時間放置する試験を行い、試験前後での接続損失を比較した。

【0040】

その結果を表2に示すように、表1の結果で重量変化率が0.1%以上であるもの（No. 1, 15, 24, 25, 26）は、接続損失が増大するか、又は光ファイバが破断してしまった。

【0041】

これに対し、その他のものはほとんど接続損失が変化せず、高温・高湿環境下でも耐久性に優れることが確認された。したがって、85℃、湿度85%の条件下に2000時間放置する試験前後の重量変化率が0.1%以下である材質でフェルール1を形成することにより、高温・高湿環境下での耐久性を向上できることがわかる。

【0042】

【表2】

No	材 質	接続損失 (dB)	
		試験前	試験後
1	Y ₂ O ₃ 系ジルコニア	0.18	0.43
15	コーディライト	0.19	破断
24	ムライト	0.22	破断
25	樹脂 (PBT)	0.17	破断
26	樹脂 (PEI)	0.19	破断
	その他の平均	0.21	0.23

【0043】

【発明の効果】

以上のように、本発明によれば、光ファイバを保持するための貫通孔を有するフェルールであって、温度85℃、湿度85%の環境中に2000時間保持した後の重量変化率が0.1%以下であるようなセラミックスから形成したことによって、高温・高湿環境下での耐久性に優れ、接続損失の劣化なく長期間良好に使

用できる光ファイバコネクタ用フェルールを提供できる。

【図面の簡単な説明】

【図1】

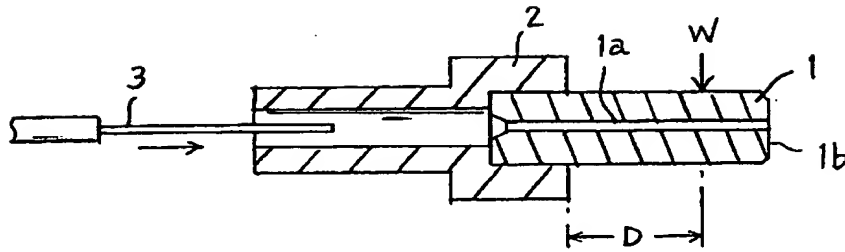
本発明の光ファイバコネクタ用フェルールを示す側面図である。

【符号の説明】

- 1 : フェルール
- 1 a : 貫通孔
- 1 b : 先端面
- 2 : バックボディ
- 3 : 光ファイバ

【書類名】 図面

【図1】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 高温・高湿環境下での耐久性に優れ、接続損失の劣化なく長期間良好に使用できる光ファイバコネクタ用フェルールを得る。

【解決手段】 光ファイバ3を保持するための貫通孔1aを有するフェルール1であって、温度85℃、湿度85%の環境中に2000時間保持した後の重量変化率が0.1%以下であるようなセラミックスから形成する。

【選択図】 図1

【書類名】
【訂正書類】

職権訂正データ
特許願

<認定情報・付加情報>

【特許出願人】

申請人

【識別番号】

000006633

【住所又は居所】

京都府京都市山科区東野北井ノ上町5番地の22

【氏名又は名称】

京セラ株式会社

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000006633]

1. 変更年月日 1990年 8月10日
[変更理由] 新規登録
住 所 京都府京都市山科区東野北井ノ上町5番地の22
氏 名 京セラ株式会社
2. 変更年月日 1998年 8月21日
[変更理由] 住所変更
住 所 京都府京都市伏見区竹田烏羽殿町6番地
氏 名 京セラ株式会社